

Title	Effects of particle and grain sizes on martensitic transformation in Fe-Ni Invar alloys
Author(s)	南, 正珉
Citation	
Issue Date	
oaire:version	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/59167">https://hdl.handle.net/11094/59167</a>
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed</a> 大阪大学の博士論文について <a href="#">/a&gt;</a> をご参照ください。

*Osaka University Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏 名	南 正 珉 (NAM JUNG-MIN)
博士の専攻分野の名称	博 士 (工学)
学 位 記 番 号	第 2 5 5 1 1 号
学 位 授 与 年 月 日	平成 24 年 3 月 22 日
学 位 授 与 の 要 件	学位規則第 4 条第 1 項該当 工学研究科マテリアル生産科学専攻
学 位 論 文 名	Effects of particle and grain sizes on martensitic transformation in Fe-Ni Invar alloys (Fe-Ni Invar 合金のマルテンサイト変態におよぼす粒子サイズと結晶粒サイズの効果)
論 文 審 査 委 員	(主査) 教 授 掛 下 知行 (副査) 教 授 中 野 貴 由 教 授 保 田 英 洋 准 教 授 福 田 隆

## 論 文 内 容 の 要 旨

ガスアトマイズ法を用いてFe-Ni合金多結晶および単結晶粒子を作製し、結晶粒サイズおよび粒子サイズとマルテンサイト変態挙動の関係を調査することにより、粒子サイズの減少により生じるFe-Ni合金のマルテンサイト変態抑制の機構を明確にすることを目的とした。

第1章では、本研究の背景を述べた後、目的と意義を述べた。

第2章では、いくつかのサイズを持つFe-30.5at. %Ni合金多結晶および単結晶粒子を作製し、X線回折プロファイルおよび帯磁率を測定した。その結果、多結晶粒子および粒子サイズ7.6  $\mu\text{m}$ 以上の単結晶粒子はf. c. c. 相からb. c. c. 相へのマルテンサイト変態を示すのに対して、粒子サイズ4.6  $\mu\text{m}$ の単結晶粒子はいわゆる非等温マルテンサイト変態を示さないことを見出した。さらに、この単結晶粒子に対して焼結および塑性加工を加えることにより再び非等温マルテンサイト変態が現れることを見出した。これらの結果より、微細な単結晶粒子におけるマルテンサイト変態の抑制は不均一核生成サイトとなり得る粒子内の欠陥の有無が強く影響していることを明らかにした。

第3章では、いわゆる非等温マルテンサイト変態を示さない粒子サイズ4.6  $\mu\text{m}$ の単結晶粒子に対する等温保持実験により、この単結晶粒子がノーズ温度を約95Kに持つ等温マルテンサイト変態を示すことを見出した。さらに、これまでに報告されたKaufmanらのFe-Ni合金の自由エネルギー曲線およびKakeshitaらの核生成に関する熱活性化モデルを用いて実験により得られたTTT曲線をフィッティングすると、粒子サイズ4.6  $\mu\text{m}$ の単結晶粒子の変態駆動力は約2kJ/mol、変態を引き起こすのに必要なクラスターサイズは約1nmになり、これらの値をバルク合金の値と比較するとクラスターサイズはほぼ同程度であるが変態駆動力が約2倍になることを明らかにした。

第4章では、第3章においてFe-Ni合金の微細な単結晶粒子のマルテンサイト変態挙動の解析に用いた自由エネルギー曲線および熱活性化モデルの妥当性を検証するため、いわゆる非等温変態を示さない、組成のよく似たバルクFe-32.6at. %Ni合金のマルテンサイト変態挙動を調査した。その結果、このバルク合金がモデルから予測される通り等温変態を示すこと、またTTT曲線より得られた変態駆動力およびクラスターサイズが従来のFe-Ni合金における報告値と同程度であることを見出した。このことより、これらの自由エネルギー曲線および熱活性化モデルが妥当であることを確認した。

第5章では、本研究で得られた成果を総括した。

## 論 文 審 査 の 結 果 の 要 旨

近年、各種デバイスの小型化にともない、材料の相安定性に及ぼすサイズ効果に多大な関心が寄せられている。本論文は、代表的な構造材料である鉄鋼材料の特性に極めて重要な影響を及ぼすマルテンサイト変態に及ぼすサイズ効果を、ガスアトマイズ法により作製したFe-30.5Ni (at. %) 合金多結晶粉末粒子ならびに単結晶粉末粒子を用いて系統的に調査したものであり、以下の知見を得ている。

- マルテンサイト変態挙動は多結晶粒子と単結晶粒子とは著しく異なることを見出している。すなわち、Fe-30.5Ni (at. %) 合金多結晶粒子は、結晶粒径が 3.7  $\mu\text{m}$  まで低下しても、いわゆる非等温マルテンサイト変態を示すのに対して、単結晶粒子は、粒子サイズが 4.6  $\mu\text{m}$  以下となるとマルテンサイト変態を示さないことを見出している。さらに、この単結晶粒子は、焼結により結晶粒界を導入、あるいは塑性加工により転位を導入すると、非等温マルテンサイト変態を示すことを見出している。これらの結果をもとに、本研究におけるマルテンサイト変態に及ぼすサイズ効果は、本質的には、マルテンサイト変態の核生成サイトとなり得る粒子内の格子欠陥による効果であることを明確にしている。
- いわゆる非等温マルテンサイト変態を示さない粒子サイズ 4.6  $\mu\text{m}$  の単結晶粒子は、ノーズ温度を約 95K に持つ等温マルテンサイト変態を示すことを見出している。さらに、これまでに報告された Kaufman らの Fe-Ni 合金の自由エネルギーおよび Kakeshita らの核生成に関する熱活性化モデルを用いて実験により得られた *TTT* 曲線を解析し、粒子サイズ 4.6  $\mu\text{m}$  の単結晶粒子の変態駆動力として約 2 kJ/mol、変態を引き起こすのに必要なクラスターサイズとして約 1 nm<sup>3</sup> を得ている。これらの値をバルク合金の値と比較するとクラスターサイズはほぼ同程度であるが変態駆動力が約 2 倍になることを明らかにしている。
- Fe-Ni 合金バルク試料において、等温変態は従来見出されていなかったが、粒子サイズ 4.6  $\mu\text{m}$  の Fe-30.5Ni 単結晶粒子と類似の等温変態が、Fe-32.6Ni (at. %) 合金において現れることを見出している。すなわち、*TTT* 図において C 曲線が現れること示している。さらに、変態駆動力および変態に必要なクラスターサイズを求め、それらの値が、いわゆる非等温変態するバルク Fe-Ni 合金における値と同程度であることを示し、マルテンサイト変態に対する熱活性化モデルの一般性を立証している。

以上のように、本論文はマルテンサイト変態に及ぼすサイズ効果を Fe-Ni 合金粉末を用いて明確にしたものであり、学術的にも、また社会基盤材料である鉄鋼材料を工業的に利用するうえでも重要な知見を多く含んでおり、材料工学の発展に寄与するところが大い。

よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。